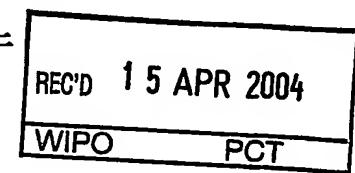


30.3.2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 3月31日

出願番号  
Application Number: 特願2003-094397

[ST. 10/C]: [JP2003-094397]

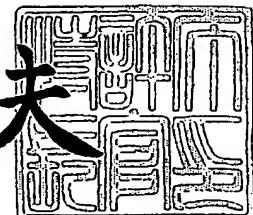
出願人  
Applicant(s): 帝人株式会社

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月 6日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P36796  
【提出日】 平成15年 3月31日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 C08G 63/06  
D04H 3/00  
D01H 1/54  
D04H 1/72

## 【発明者】

【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内

【氏名】 小村 伸弥

## 【発明者】

【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内

【氏名】 三好 孝則

## 【発明者】

【住所又は居所】 東京都日野市旭が丘4丁目3番2号 帝人株式会社 東京研究センター内

【氏名】 鶴見 芳彦

## 【発明者】

【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内

【氏名】 峯松 宏昌

## 【特許出願人】

【識別番号】 000003001

【氏名又は名称】 帝人株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100099678

## 【弁理士】

【氏名又は名称】 三原 秀子

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010250

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0203001

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 不織布およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱可塑性ポリマーからなり平均纖維径が0.1～20μmであって、平均見かけ密度が10～95kg/m<sup>3</sup>である不織布。

【請求項 2】 平均纖維径が0.1～5μmである請求項1記載の不織布。

【請求項 3】 熱可塑性ポリマーが揮発性溶媒に溶解可能なポリマーである請求項1または2記載の不織布。

【請求項 4】 不織布の厚みが100μm以上である請求項1～3のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 5】 不織布の纖維表面に凹凸を有する請求項1～4のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 6】 挥発性溶媒に溶解可能なポリマーが脂肪族ポリエステルである請求項1～5のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 7】 脂肪族ポリエステルがポリ乳酸である請求項6記載の不織布。

【請求項 8】 挥発性溶媒が揮発性良溶媒と揮発性貧溶媒との混合溶媒である請求項1～7のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 9】 挥発性溶媒に占める揮発性貧溶媒の割合が23～40重量%である請求項1～8のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 10】 挥発性良溶媒がハロゲン含有炭化水素である請求項8または9に記載の不織布。

【請求項 11】 挥発性貧溶媒が低級アルコールである請求項8～10のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 12】 低級アルコールがエタノールである請求項11記載の不織布。

【請求項 13】 不織布が静電紡糸法により形成されることを特徴とする請求項1～12のいずれか1項に記載の不織布。

【請求項 14】 熱可塑性ポリマーを

(1) 撥発性溶媒の割合が23～40重量%である、撥発性良溶媒と撥発性溶媒との混合溶媒に溶解させる段階、

(2) 得られた前記溶液を静電紡糸法にて紡糸する段階、および

(3) 捕集基板に累積される不織布を得る段階を含む、

請求項1記載の不織布の製造方法。

【請求項15】 撥発性良溶媒がハロゲン含有炭化水素である請求項14記載の不織布の製造方法。

【請求項16】 撥発性溶媒が低級アルコールから選ばれる請求項14または15に記載の不織布の製造方法。

【請求項17】 低級アルコールがエタノールである請求項16記載の不織布の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

##### 【発明の属する技術分野】

本発明は撥発性溶媒に溶解可能なポリマーから成る極細纖維からなる超低密度不織布、およびその製造方法に関する。

##### 【0002】

##### 【従来の技術】

再生医療分野においては、細胞を培養する際に基材として纖維構造体が用いられることがある。纖維構造体としては、例えば手術用縫合糸などに用いられるポリグリコール酸を用いることが検討されている（例えば、非特許文献1参照。）。しかしながら、これら通常の方法で得られる纖維構造体は纖維径が大きすぎるため、細胞が接着できる面積は不十分であり、表面積を大きくするためにより纖維径の小さい纖維構造体が望まれていた。

##### 【0003】

一方纖維径の小さい纖維構造体を製造する方法として、静電紡糸法は公知である（例えば、特許文献1および2参照。）。静電紡糸法は、液体、例えば纖維形成物質を含有する溶液等を電場内に導入し、これにより液体を電極に向かって曳かせ、纖維状物質を形成させる工程を包含する。普通、纖維形成物質は溶液から

曳き出される間に硬化させる。硬化は、例えば冷却（例えば、紡糸液体が室温で固体である場合）、化学的硬化（例えば、硬化用蒸気による処理）、または溶媒の蒸発などにより行われる。また、得られる纖維状物質は、適宜に配置した受容体上に捕集され、必要ならばそこから剥離することも出来る。また、静電紡糸法は不織布状の纖維状物質を直接得ることが出来るため、一旦纖維を製糸した後、さらに纖維構造体を形成する必要がなく、操作が簡便である。

#### 【0004】

静電紡糸法によって得られる纖維構造体を、細胞を培養する基材に用いることは公知である。例えばポリ乳酸よりなる纖維構造体を静電紡糸法により形成し、この上で平滑筋細胞を培養することにより血管の再生が検討されている（例えば、非特許文献2参照。）。しかしながら、これら静電紡糸法を用いて得られた纖維構造体は、纖維間の距離が短い緻密な構造、すなわち見かけ密度の大きい構造をとりやすい。これを細胞培養する基材（足場）として用いると、培養が進むにつれて纖維構造体を形成している一本一本の纖維表面に、培養された細胞が堆積され纖維の表面が厚く覆われてしまう。その結果、纖維構造体内部にまで栄養分などを含む溶液が十分に移動することが困難であり、纖維上に培養・堆積された細胞の表面近傍でしか細胞培養が出来ないことがあった。

#### 【0005】

##### 【特許文献1】

特開昭63-145465号公報

#### 【0006】

##### 【特許文献2】

特開2002-249966号公報

#### 【0007】

##### 【非特許文献1】

大野典也、相澤益男監訳代表「再生医学」株式会社エヌ・ティー・エス、2002年1月31日、258頁

#### 【0008】

##### 【非特許文献2】

Joel D.Stitzel, Kristin J.Pawlowski, Gary E.Wnek, David G.Simpson, Gary L.Bowlin著、Journal of Biomaterials Applications 2001, 16, 2 2-33

### 【0009】

#### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、長時間の細胞培養に適するように、纖維間の空隙も大きく、細胞培養に充分な厚みのある不織布およびその製造方法を提供することにある。

### 【0010】

#### 【課題を解決するための手段】

本発明は、以下のとおりである。

1. 熱可塑性ポリマーからなり平均纖維径が0.1～20μmであって、平均見かけ密度が10～95kg/m<sup>3</sup>である不織布。
2. 平均纖維径が0.1～5μmである1.記載の不織布。
3. 熱可塑性ポリマーが揮発性溶媒に溶解可能なポリマーである1.または2.記載の不織布。
4. 不織布の厚みが100μm以上である1.～3.のいずれか1つに記載の不織布。
5. 不織布の纖維表面に凹凸を有する1.～4.のいずれか1つに記載の不織布。
6. 挥発性溶媒に溶解可能なポリマーが脂肪族ポリエステルである1.～5.のいずれか1つに記載の不織布。
7. 脂肪族ポリエステルがポリ乳酸である5.記載の不織布。
8. 挥発性溶媒が揮発性良溶媒と揮発性貧溶媒との混合溶媒である1.～7.のいずれか1つに記載の不織布。
9. 挥発性溶媒に占める揮発性貧溶媒の割合が23～40重量%である1.～8.のいずれか1つに記載の不織布。
10. 挥発性良溶媒がハロゲン含有炭化水素である8.または9.に記載の不織布。
11. 挥発性貧溶媒が低級アルコールである8.～10.のいずれか1つに記載

の不織布。

12. 低級アルコールがエタノールである 11. 記載の不織布。

13. 不織布が静電紡糸法により形成されることを特徴とする 1. ~ 12. のいずれか 1 つに記載の不織布。

14. 熱可塑性ポリマーを

(1) 撥発性貧溶媒の割合が 23 ~ 40 重量% である、撥発性良溶媒と撥発性貧溶媒との混合溶媒に溶解させる段階、

(2) 得られた前記溶液を静電紡糸法にて紡糸する段階、および

(3) 捕集板に累積される不織布を得る段階を含む、

1. 記載の不織布の製造方法。

15. 撥発性良溶媒がハロゲン含有炭化水素である、 14. 記載の不織布の製造方法。

16. 撥発性貧溶媒が低級アルコールから選ばれる 14. または 15. に記載の不織布の製造方法。

17. 低級アルコールがエタノールである 16. 記載の不織布の製造方法。

### 【0011】

#### 【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳述する。本発明の不織布とは、得られた単数または複数の纖維が積層され、必要に応じて纖維間が固定されて、形成された 3 次元の構造体である。不織布の形態は、平均見かけ密度が 10 ~ 95 kg/m<sup>3</sup> であり、平均纖維径が 0.1 ~ 20 μm であり、厚みは 100 μm 以上である。得られた不織布をその後例えれば他のシート状の材料と積層する、またはメッシュ状に加工する等の 2 次加工しやすいように、不織布の形状は正方形であっても、円形であってもその形状は問わない。また、得られる不織布は捕集の方法により筒型にも成形可能である。不織布の厚みに関しては、取扱いの観点から 100 μm 以上であることが好ましく、さらに不織布同士を重ねることで、厚みのある構造体を成形することも可能である。

### 【0012】

本発明の不織布は、熱可塑性ポリマーからなる。不織布として使用可能なポリ

マーであれば特に限定はないが揮発性溶媒に溶解可能なポリマーからなることが好ましい。揮発性溶媒に溶解可能なポリマーとしては、ポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリ乳酸-ポリグリコール酸共重合体、ポリカプロラクトン、ポリブチレンサクシネート、ポリエチレンサクシネート、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリヘキサメチレンカーボネート、ポリアリレート、ポリビニルイソシアネート、ポリブチルイソシアネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチルメタクリレート、ポリノルマルプロピルメタクリレート、ポリノルマルブチルメタクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリエチルアクリレート、ポリブチルアクリレート、ポリアクリロニトリル、セルロースジアセテート、セルローストリアセテート、メチルセルロース、プロピルセルロース、ベンジルセルロース、フィブロイン、天然ゴム、ポリビニルアセテート、ポリビニルメチルエーテル、ポリビニルエチルエーテル、ポリビニルノルマルプロピルエーテル、ポリビニルイソブロピルエーテル、ポリビニルノルマルブチルエーテル、ポリビニルイソブチルエーテル、ポリビニルターシャリーブチルエーテル、ポリビニルクロリド、ポリビニリデンクロリド、ポリ(N-ビニルピロリドン)、ポリ(N-ビニルカルバゾル)、ポリ(4-ビニルピリジン)、ポリビニルメチルケトン、ポリメチルイソブロペニルケトン、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシド、ポリシクロペンテンオキシド、ポリスチレンサルホン並びにこれらの共重合体などが挙げられる。これらのうち好ましくはポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリ乳酸-ポリグリコール酸共重合体、ポリカプロラクトン、ポリブチレンサクシネート、およびポリエチレンサクシネート並びにこれらの共重合体などの脂肪族ポリエステルが挙げられ、さらに好ましくはポリ乳酸、ポリグリコール酸、ポリ乳酸-ポリグリコール酸共重合体、ポリカプロラクトンが挙げられる。なかでもポリ乳酸が特に好ましい。

### 【0013】

本発明においては、その目的を損なわない範囲で、他のポリマーや他の化合物を併用（例えば、ポリマー共重合、ポリマーブレンド、化合物混合）しても良い。

### 【0014】

本発明の不織布は平均纖維径が $0.1 \sim 20 \mu\text{m}$ である纖維より形成される。平均纖維径が $0.1 \mu\text{m}$ より小さいと、再生医療用細胞培養基材として用いるには、生体内分解性が早すぎるため好ましくない。また平均纖維径が $20 \mu\text{m}$ より大きいと細胞が接着できる面積が小さくなり好ましくない。より好ましい平均纖維径は $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$ であり、特に好ましい平均纖維径は $0.1 \sim 4 \mu\text{m}$ である。なお纖維径とは纖維断面の直径を表す。しかし時には纖維断面の形状が橢円形になることもあります。この場合の纖維径とは、該橢円形の長軸方向の長さと短軸方向の長さの平均をその纖維径として算出する。また纖維断面が円形でも橢円形でもない時には円、または橢円に近似して纖維径を算出する。

#### 【0015】

本発明の不織布は、平均見かけ密度が $10 \sim 95 \text{ kg/m}^3$ である不織布である。ここで平均見かけ密度とは、作成した不織布の面積、平均厚、質量から割り出した密度を意味する。好ましい平均見かけ密度は $50 \sim 90 \text{ kg/m}^3$ である。平均見かけ密度が $95 \text{ kg/m}^3$ より大きいと、細胞培養時に栄養分などを含む溶液が基材内部まで十分に浸透しないため好ましくない。平均見かけ密度が $10 \text{ kg/m}^3$ より小さいと、細胞培養時に必要な力学強度を保つことが出来ないため好ましくない。

#### 【0016】

また本発明の不織布においては厚さが $100 \mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。本発明の不織布は、細胞培養時に細胞が接着する充分な面積を得ることが出来るため、纖維表面に凹凸の構造を有することは好ましい。ここでの凹凸構造とは $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ の幅のひだ状の構造が纖維表面の $75 \sim 100\%$ 占有することを指す。

#### 【0017】

本発明の不織布を製造する方法としては、先述の要件を満足する不織布が得られる手法であれば特に限定されずいずれも用いることが出来る。例えば溶融紡糸法、乾式紡糸法、湿式紡糸法により纖維を得た後、得られた纖維をスパンボンド法により製造する方法、メルトプロー法により製造する方法若しくは静電紡糸法により製造する方法が挙げられる。なかでも静電紡糸法によって製造するのが好

ましく挙げられる。以下静電紡糸法により製造する方法について詳細に説明する。

### 【0018】

本発明で用いる静電紡糸法では揮発性溶媒に溶解可能なポリマーを揮発性良溶媒と揮発性貧溶媒の混合溶媒に溶解した溶液を電極間で形成された静電場中に吐出し、溶液を電極に向けて曳糸し、形成される纖維状物質を得ることができる。

### 【0019】

本発明で用いられる電極は、金属、無機物、または有機物のいかなるものでも導電性を示しさえすれば良い。また、絶縁物上に導電性を示す金属、無機物、または有機物の薄膜を持つものであっても良い。本発明における静電場は一対又は複数の電極間で形成されており、いずれの電極に高電圧を印加しても良い。これは例えば電圧値が異なる高電圧の電極が2つ（例えば15kVと10kV）と、アースにつながった電極の合計3つの電極を用いる場合も含み、または3本を越える数の電極を使う場合も含むものとする。

### 【0020】

本発明における溶液中の揮発性溶媒に溶解可能なポリマーの濃度は1～30重量%であることが好ましい。揮発性溶媒に溶解可能なポリマーの濃度が1重量%より小さいと、濃度が低すぎるため不織布を形成することが困難となり好ましくない。また、30重量%より大きいと得られる不織布の纖維径が大きくなり好ましくない。より好ましい揮発性溶媒に溶解可能なポリマーの濃度は2～20重量%である。

### 【0021】

本発明で言う揮発性とは常温（例えば25°C）での沸点が200°C以下のことを言う。本発明においては揮発性溶媒として揮発性良溶媒と揮発性貧溶媒との混合溶媒であることが好ましい。揮発性良溶媒とは常温において沸点が200°C以下でありかつポリマーを5重量%以上溶解することが出来る溶媒を、揮発性貧溶媒とは常温において沸点が200°C以下であり、かつポリマーを1重量%以下しか溶解することが出来ない溶媒を示す。該揮発性良溶媒としては、先述の要件を満たし、揮発性貧溶媒との混合溶媒が纖維を形成させるポリマーを紡糸するのに

十分な濃度で溶解すれば特に限定されない。具体的な揮発性良溶媒としては、例えば塩化メチレン、クロロホルム、プロモホルム、四塩化炭素などのハロゲン含有炭化水素；アセトン、トルエン、テトラヒドロフラン、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサフルオロイソプロパノール、1, 4-ジオキサン、シクロヘキサン、N, N-ジメチルホルムアミド、アセトニトリルなどが挙げられる。これらのうち、該ポリマーの溶解性等から、塩化メチレン、クロロホルムが特に好ましい。これらの揮発性良溶媒は単独で用いても良く、複数の揮発性良溶媒を組み合わせても良い。

#### 【0022】

本発明の揮発性貧溶媒としては、先述の要件を満たし、揮発性良溶媒との混合溶媒が該ポリマーを溶解し、揮発性貧溶媒単独では該ポリマーを溶解しない溶媒であれば特に限定されない。具体的な揮発性貧溶媒としては、例えばメタノール、エタノール、ノルマルプロパノール、イソプロパノール、1-ブタノール、2-ブタノール、水、蟻酸、酢酸、プロピオン酸などが挙げられる。これらのうち、該不織布の構造形成の観点から、メタノール、エタノール、プロパノールなどの低級アルコールがより好ましく、なかでもエタノールが特に好ましい。これらの揮発性貧溶媒は単独で用いても良く、複数の揮発性貧溶媒を組み合わせても良い。

#### 【0023】

本発明の不織布を得る製造方法においては揮発性溶媒に占める揮発性貧溶媒の割合は、23～40重量%であることが必要である。より好ましくは25～40重量%であり、特に好ましくは30～40重量%である。ただし揮発性良溶媒と揮発性貧溶媒の組み合わせによっては相分離を起こす組成もありうる。相分離を起こす溶液組成では静電紡糸法によって安定に紡糸することないので、本発明の不織布は製造することは出来なかった。

#### 【0024】

該溶液を静電場中に吐出するには、任意の方法を用いることが出来る。例えば、一例として図1を用いて以下説明する。溶液2をノズルに供給することによって、溶液を静電場中の適切な位置に置き、そのノズルから溶液を電界によって曳

糸して纖維化させる。このためには適宜な装置を用いることができ、例えば注射器の筒状の溶液保持槽3の先端部に適宜の手段、例えば高電圧発生器6にて電圧をかけた注射針状の溶液噴出ノズル1を設置して、溶液をその先端まで導く。接地した纖維状物質捕集電極5から適切な距離に該噴出ノズル1の先端を配置し、溶液2が該噴出ノズル1の先端を出るときにこの先端と纖維状物質捕集電極5の間に纖維状物質を形成させる。

#### 【0025】

また当業者には自明の方法で該溶液の微細滴を静電場中に導入することもできる。一例として図2を用いて以下に説明する。その際の唯一の要件は液滴を静電場中に置いて、纖維化が起こりうるような距離に纖維状物質捕集電極5から離して保持することである。例えば、ノズル1を有する溶液保持槽3中の溶液2に直接、直接纖維状物質捕集電極に対抗する電極4を挿入しても良い。

#### 【0026】

該溶液をノズルから静電場中に供給する場合、数個のノズルを用いて纖維状物質の生産速度を上げることもできる。電極間の距離は、帯電量、ノズル寸法、紡糸液流量、紡糸液濃度等に依存するが、10kV程度のときには5～20cmの距離が適当であった。また、印加される静電気電位は、一般に3～100kV、好ましくは5～50kV、一層好ましくは5～30kVである。所望の電位は任意の適切な方法で作れば良い。

#### 【0027】

上記説明は、電極が捕集基板を兼ねる場合であるが、電極間に捕集基板となる物を設置することで、電極と別に捕集基板を設け、そこに纖維積層体（不織布）を捕集することができる。この場合、例えばベルト状物質を電極間に設置して、これを捕集基板とすることで、連続的な生産も可能となる。

#### 【0028】

本発明においては、該溶液を捕集基板に向けて曳糸する間に、条件に応じて溶媒が蒸発して纖維状物質が形成される。通常の室温であれば捕集基板上に捕集されるまでの間に溶媒は完全に蒸発するが、もし溶媒蒸発が不十分な場合は減圧条件下で曳糸しても良い。また、曳糸する温度は溶媒の蒸発挙動や紡糸液の粘度に

依存するが、通常は、0～50℃である。そして纖維体がさらに捕集基板に累積されて本発明の不織布が製造される。

#### 【0029】

本発明によって得られる不織布は、単独で用いても良いが、取扱性やその他の要求事項に合わせて、他の部材と組み合わせて使用しても良い。例えば、捕集基板として支持基材となりうる不織布や織布、フィルム等を用い、その上に本発明の不織布を形成することで、支持基材と本発明の不織布を組み合わせた部材を作成することも出来る。

#### 【0030】

本発明によって得られる不織布の用途は、再生医療用の細胞培養基材に限定されるものではなく、各種フィルターや触媒担持基材など、本発明の特徴である性を活用できる各種用途に用いることが出来る。

#### 【0031】

##### 【発明の効果】

本発明によって得られる不織布は、見かけ密度が小さいため纖維間の空隙も多くかつ取り扱いが容易な程度の十分な厚さを有している。そのため細胞培養の基材として用いる際に細胞が増殖しやすく、長時間の細胞培養にも適している。また特定の分解吸収性のある脂肪族ポリエステルを用いることにより生体内での分解吸収性が優れ、再生医療用途の細胞培養基材に用いたときに基材ごと体内に埋め込むことが出来るなど、大変好ましい性質を示すものである。

#### 【0032】

##### 【実施例】

以下本発明を実施例により説明するが、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。また以下の各実施例、比較例における評価項目は以下のとおりの手法にて実施した。

#### 【0033】

##### 【平均纖維径】

得られた不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真（倍率2000倍）を撮影し、その写真からn=20にて纖維径を測定し、平均値を算出し平均纖維径とした。

## 【0034】

## [平均厚さ]

高精度デジタル測長機（株式会社ミットヨ：商品名「ライトマチックVL-50」）を用いて測定力0.01Nによりn=5にて不織布の膜厚を測定した平均値を算出した。なお本測定においては測定機器が使用可能な最小の測定力で測定を行った。

## 【0035】

## [平均見かけ密度]

得られた不織布の面積と質量を測定し、上記求めた平均厚をもとに平均見かけ密度を算出した。

## 【0036】

## [実施例1]

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、エタノール（和光純薬工業、特級）3重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）6重量部を室温（25°C）で混合し溶液を作成した。図2にしめす装置を用いて、該溶液を纖維状物質捕集電極5に15分間吐出した。噴出ノズル1の内径は0.8mm、電圧は12kV、噴出ノズル1から纖維状物質捕集電極5までの距離は10cmであった。得られた不織布を走査型電子顕微鏡（日立製作所S-2400）で測定したところ、平均纖維径は2μmであり、10μm以上の纖維は観察されなかった。平均厚は300μmであり、平均見かけ密度は68kg/m<sup>3</sup>であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図3、4に示す。

## 【0037】

## [実施例2]

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、エタノール（和光純薬工業、特級）3.5重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）5.5重量部を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。平均纖維径は4μmであり、10μm以上の纖維は観察されなかった。平均厚は360μmであり、平均見かけ密度は54kg/m<sup>3</sup>であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図5、6に示す。

## 【0038】

## [実施例3]

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、メタノール（和光純薬工業、特級）3重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）6重量部を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。平均纖維径は2 $\mu\text{m}$ であり、10 $\mu\text{m}$ 以上の纖維は観察されなかった。平均厚は170 $\mu\text{m}$ であり、平均見かけ密度は86kg/m<sup>3</sup>であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図7, 8に示す。

## 【0039】

## [実施例4]

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、イソプロパノール（和光純薬工業、特級）3重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）6重量部を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。平均纖維径は4 $\mu\text{m}$ であり、10 $\mu\text{m}$ 以上の纖維は観察されなかった。平均厚は170 $\mu\text{m}$ であり、平均見かけ密度は73kg/m<sup>3</sup>であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図9, 10に示す。

## 【0040】

## [比較例1]

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、エタノール（和光純薬工業、特級）0.5重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）8.5重量部を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。平均纖維径は5 $\mu\text{m}$ であり、15 $\mu\text{m}$ 以上の纖維は観察されなかった。平均厚は140 $\mu\text{m}$ であり、平均見かけ密度は180kg/m<sup>3</sup>であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図11, 12に示す。

## [比較例2]

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、エタノール（和光純薬工業、特級）1重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）8重量部を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。平均纖維径は2 $\mu\text{m}$ であり、10 $\mu\text{m}$ 以上の纖維は観察されなかった。平均厚は140 $\mu\text{m}$ であり、平均見

かけ密度は $160\text{ kg/m}^3$ であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図13, 14に示す。

#### 【0041】

##### 【比較例3】

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、エタノール（和光純薬工業、特級）2重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）7重量部を用いた以外は実施例1と同様の操作を行った。平均纖維径は $7\text{ }\mu\text{m}$ であり、 $15\text{ }\mu\text{m}$ 以上の纖維は観察されなかった。平均厚は $110\text{ }\mu\text{m}$ であり、平均見かけ密度は $140\text{ kg/m}^3$ であった。不織布の表面の走査型電子顕微鏡写真を図15, 16に示す。

#### 【0042】

##### 【比較例4】

ポリ乳酸（島津製作所：商品名「Lacty9031」）1重量部、エタノール（和光純薬工業、特級）4重量部、塩化メチレン（和光純薬工業、特級）5重量部を用いて溶液の作成を試みたが、ポリ乳酸は溶解したものの、相分離を起こし均一な溶液を作成することが出来なかった。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図1】

本発明の製造方法のなかで、紡糸液を静電場中に吐出する静電紡糸法で用いる装置の一例である。

##### 【図2】

本発明の製造方法のなかで、紡糸液の微細滴を静電場中に導入する静電紡糸法で用いる装置の一例である。

##### 【図3】

実施例1で得られた不織布の表面（2000倍）である。

##### 【図4】

実施例1で得られた不織布の表面（20000倍）である。

##### 【図5】

実施例2で得られた不織布の表面（2000倍）である。

**【図6】**

実施例2で得られた不織布の表面（20000倍）である。

**【図7】**

実施例3で得られた不織布の表面（2000倍）である。

**【図8】**

実施例3で得られた不織布の表面（20000倍）である。

**【図9】**

実施例4で得られた不織布の表面（2000倍）である。

**【図10】**

実施例4で得られた不織布の表面（20000倍）である。

**【図11】**

比較例1で得られた不織布の表面（2000倍）である。

**【図12】**

比較例1で得られた不織布の表面（20000倍）である。

**【図13】**

比較例2で得られた不織布の表面（2000倍）である。

**【図14】**

比較例2で得られた不織布の表面（20000倍）である。

**【図15】**

比較例3で得られた不織布の表面（2000倍）である。

**【図16】**

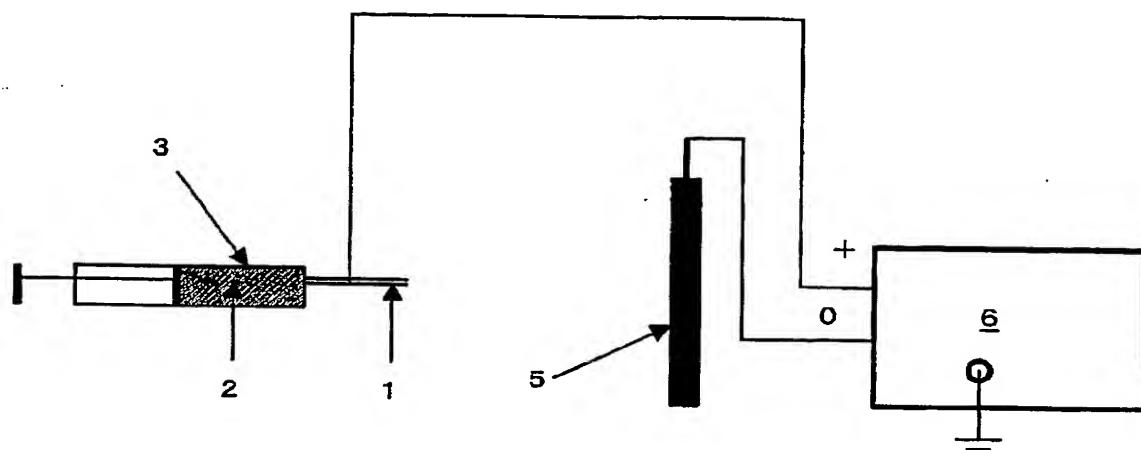
比較例3で得られた不織布の表面（20000倍）である。

**【符号の説明】**

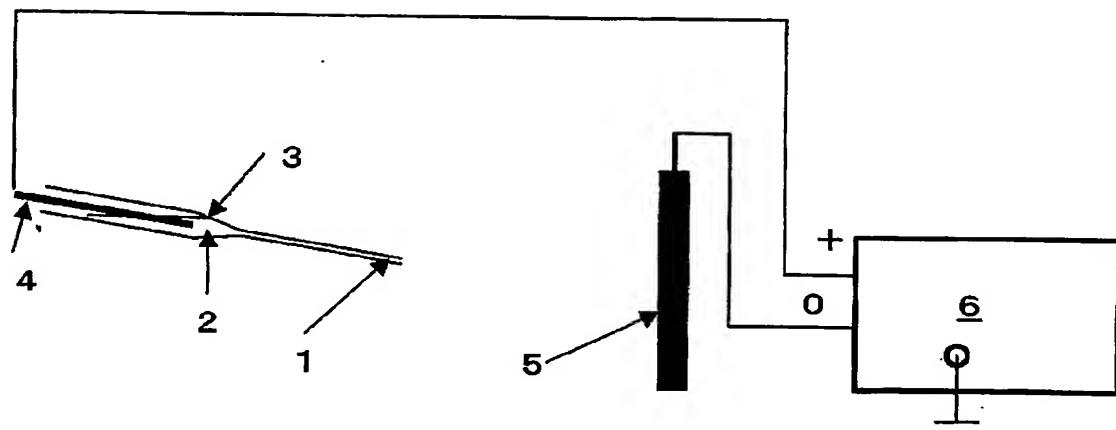
1. 噴出ノズルまたはノズル
2. 紡糸液
3. 紡糸液保持槽
4. 電極
5. 繊維状物質捕集電極
6. 高電圧発生器

【書類名】 図面

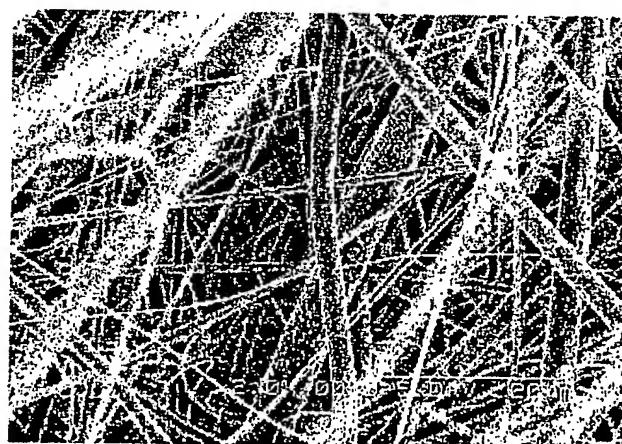
【図 1】



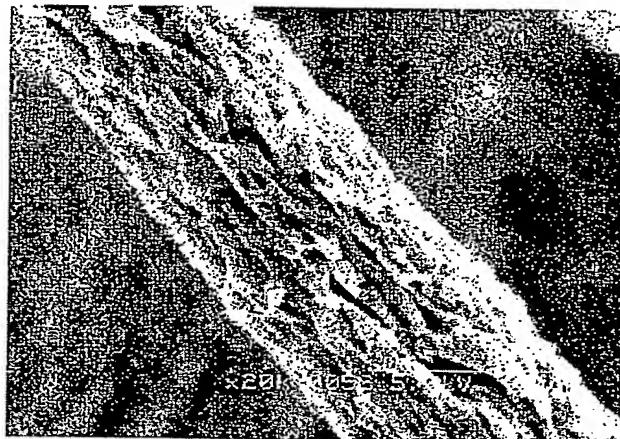
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【図 5】



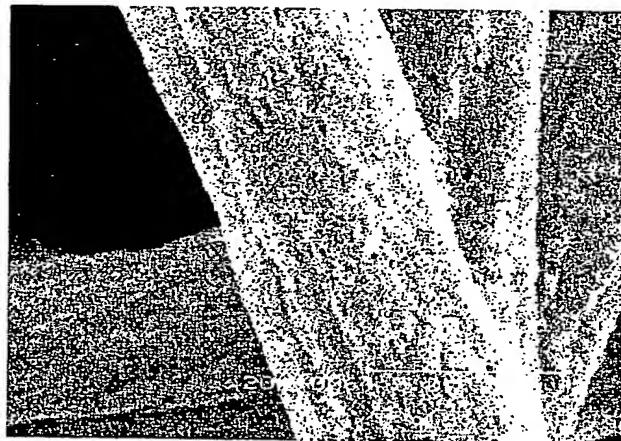
【図6】



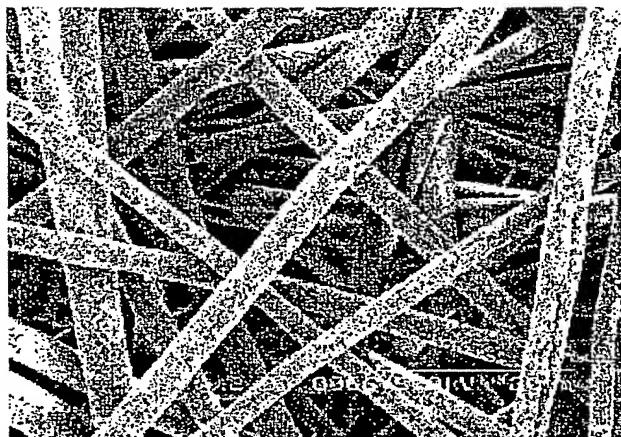
【図7】



【図 8】



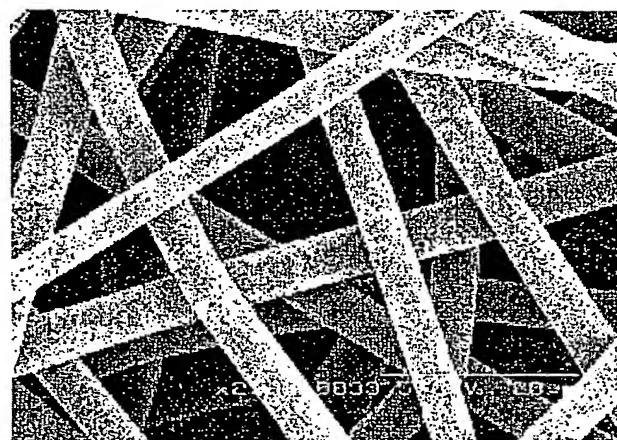
【図 9】



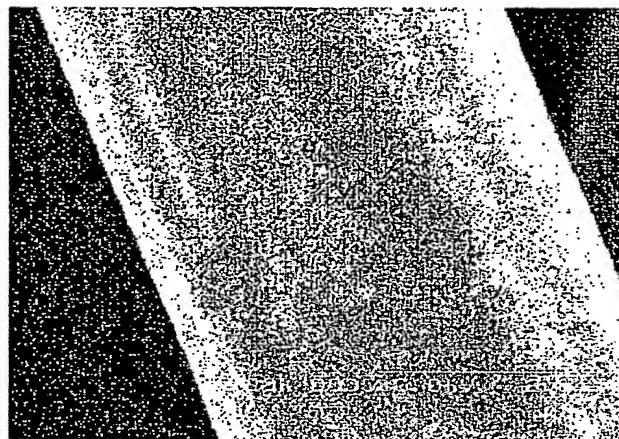
【図10】



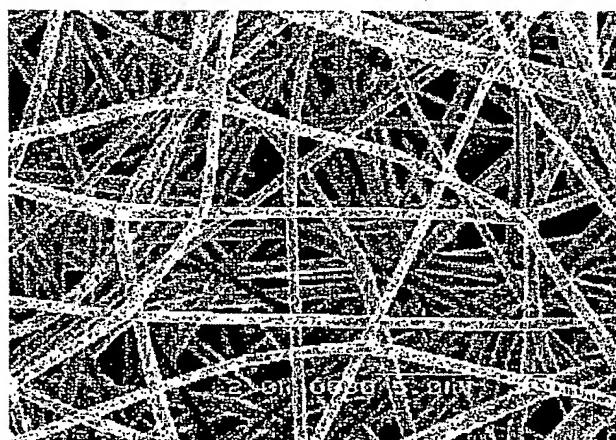
【図11】



【図12】



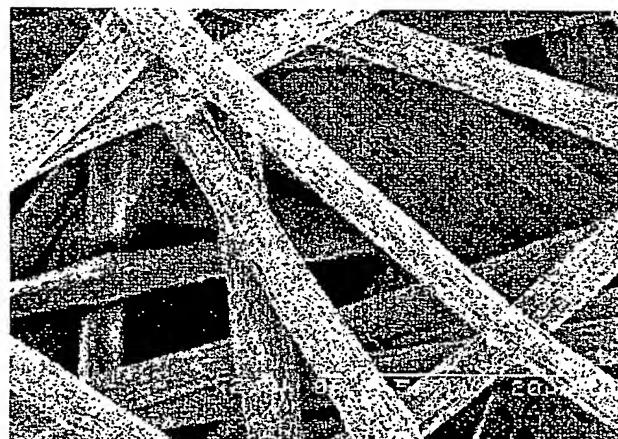
【図13】



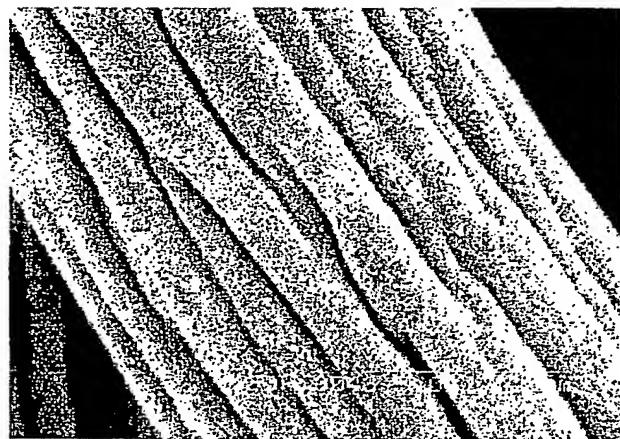
【図14】



【図15】



【図16】



出証特2003-3091990

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 再生医療分野において細胞培養の基材として適した大きな表面積をもち、纖維間の空隙も大きく、細胞培養に適した低見かけ密度の不織布を提供することにある。

【解決手段】 熱可塑性ポリマーから成る平均纖維径が0.1～2.0  $\mu\text{m}$  であって、平均見かけ密度が1.0～9.5 kg/m<sup>3</sup>、厚みが1.00  $\mu\text{m}$  以上である不織布。ポリマーは揮発性溶媒に溶解可能なポリマーであること、更に詳細にはポリ乳酸を代表とする脂肪族ポリエステルが好ましい。および、該ポリマーを揮発性良溶媒と揮発性貧溶媒の混合溶媒に溶解した溶液であり、揮発性貧溶媒の割合が23～40重量%である溶液を製造する段階と、前記溶液を静電紡糸法にて紡糸する段階、および捕集基板に累積される不織布を得る段階を含む上記不織布の製造方法。

【選択図】 なし

特願 2003-094397

出願人履歴情報

識別番号

[000003001]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所

氏 名

1990年 8月28日

新規登録

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

帝人株式会社